

## Separation of 1-methoxy-2-propanol and water

Patent Number:  US5080794

Publication date: 1992-01-14

Inventor(s): KRUG JOSEPH (DE); REISSENWEBER GERNOT (DE); KOOB KNUT (DE)

Applicant(s): BASF AG (DE)

Requested Patent:  EP0425893, B1

Application

Number: US19900599835 19901019

Priority Number(s): DE19893936052 19891028

IPC Classification: B01D61/00

EC Classification: C07C41/36, C07C43/13C1

Equivalents: CA2028666,  DE3936052, ES2041099T, JP2831457B2,  JP3145436, KR195533

### Abstract

A batchwise or continuous process for separating water from a mixture of water and 1-methoxy-2-propanol by passing a heated mixture in liquid or gaseous form over a hydrophilic membrane which is selective to the passage of water.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



⑪ Veröffentlichungsnummer: 0 425 893 A1

⑫

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑬ Anmeldenummer: 90119880.4

⑮ Int. Cl. 5: C07C 43/13, C07C 41/34,  
B01D 61/36

⑭ Anmeldetag: 17.10.90

⑯ Priorität: 28.10.89 DE 3936052

⑰ Anmelder: BASF Aktiengesellschaft  
Carl-Bosch-Strasse 38  
W-6700 Ludwigshafen(DE)

⑯ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
08.05.91 Patentblatt 91/19

⑱ Erfinder: Krug, Joseph, Dr.  
Franz-von-Sickingen-Strasse 9  
W-6700 Ludwigshafen(DE)  
Erfinder: Reissenweber, Gernot, Dr.  
Drosselstrasse 15  
W-6737 Boehl-Iggelheim(DE)  
Erfinder: Koob, Knut, Dr.  
Lorscher Strasse 7  
W-6704 Mutterstadt(DE)

⑯ Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

⑲ Verfahren zur Trennung eines Gemisches aus 1-Methoxypropanol-2 und Wasser in seine Bestandteile.

⑳ Verfahren zur Trennung eines Gemisches aus 1-Methoxypropanol-2 und Wasser in seine Bestandteile, wobei die Trennung mittels Pervaporation durchgeführt wird.

EP 0 425 893 A1

**VERFAHREN ZUR TRENNUNG EINES GEMISCHES AUS 1-METHOXYPROPANOL-2 UND WASSER IN SEINE BESTANDTEILE**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Trennung eines Gemisches aus 1-Methoxypropanol-2 und Wasser in seine Bestandteile.

1-Methoxypropanol-2 ist ein häufig verwendetes Lösungsmittel in der chemischen Industrie, beispielsweise als Lösungsmittel für chemische Reaktionen oder für die Umkristallisation von bestimmten Verbindungen. Nach dem Einsatz fällt dabei das 1-Methoxypropanol-2 oft wasserhaltig an.

Da sich das Gemisch beispielsweise durch einfache Destillation/Rektifikation nur bis zum Azeotrop auftrennen lässt und die üblichen Methoden zur Stofftrennung von Azeotropen wie beispielsweise Druckwechselverfahren, Schleppmitteldestillation etc. nicht zum Erfolg führen, fallen bei der Gewinnung des 1-Methoxypropanol-2 zwangsläufig hohe Verluste an. Das Azeotrop selbst mußte bisher aufwendig entsorgt werden, beispielsweise durch Verbrennung.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, Verluste des Wertproduktes 1-Methoxypropanol-2 zu vermeiden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Trennung mittels Pervaporation durchgeführt wird, wobei das Gemisch flüssig oder gasförmig über eine hydrophile Membran geführt wird.

Das Verfahren kann technisch sowohl in Batch- als auch in kontinuierlicher Fahrweise betrieben werden. Beide Verfahrensmöglichkeiten werden nachstehend detailliert beschrieben.

**Beispiel 1**

Batchfahrweise, Entwässerung von 1-Methoxypropanol-2 durch Pervaporation

Das diskontinuierliche durchgeführte Verfahren ist in Figur 1 dargestellt. Dabei wird ein Gemisch aus 55 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2 und 45 Gew.-% Wasser mit 718 gr im Behälter 1 bei Raumtemperatur vorgelegt. Diese Vorlaufmenge wird über die Pumpe 2 und die Testzelle PV mit der Membranfläche M von 100 cm<sup>2</sup> ca. 7 mal in der Stunde im Kreis gefahren. Am Druckhalteventil 3 wird ein Überdruck von 2,5 bar eingestellt. Auf der Permeatseite liegt ein absoluter Druck von 25 mbar an. Das Permeat wird in den Kühlfallen 4a oder 4b bei ca. -80 °C ausgefroren. Die Analyse des Permeats und des Behälterinhaltens erfolgt ca. 1 mal in der Stunde. Nach der An-Einfahrweise wird das Feed vom Thermostaten 5 innerhalb einer Stunde von Raum-

temperatur auf 95 °C erwärmt und konstant gehalten (Zeitpunkt t<sub>1</sub>). Der Temperaturunterschied zwischen der Feedtemperatur T<sub>1</sub> (PV-Ein) und der Retentattemperatur T<sub>2</sub> (PV-Aus) beträgt dann im Mittel ca. 2,8 °C. Nach 11 Stunden (Zeitpunkt t<sub>2</sub>) ergibt sich eine Endproduktmenge von 409 gr mit 96 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2 und 4 Gew.-% Wasser. Durch die hydrophile Membran sind 309 gr mit 98 Gew.-% Wasser und 2 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2 permeiert. Der Fluß hat dabei von ca. 4,6 kg/m<sup>2</sup>h auf 1,2 kg/m<sup>2</sup>h abgenommen.

**Beispiel 2**

15

Kontinuierliche Fahrweise, Entwässerung von 1-Methoxypropanol-2 durch Pervaporation

20

Das kontinuierlich durchgeföhrte Verfahren ist in der Figur 2 dargestellt. Dabei wird ein Gemisch aus 86,8 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2 und 13,2 Gew.-% Wasser mit ca. 10 kg im Behälter 1 bei Raumtemperatur vorgelegt. Die Pumpe 2 fördert ca. 5 kg/h im Kreis. Die Membranfläche M der Pervaporation beträgt 100 cm<sup>2</sup>. Am Druckhalteventil 3 wird ein Überdruck von 2,5 bar eingestellt. Auf der Permeatseite liegt ein absoluter Druck von 52 mbar an. Das Permeat wird entweder in den Kühlfallen 4a und 4b bei ca. -80 °C ausgefroren oder im GC-Onlinebetrieb analysiert. Nach der Anfahrt wird das Feed vom Thermostaten 5 innerhalb einer Stunde von Raumtemperatur auf 95 °C erwärmt und konstant gehalten. Der Temperaturunterschied zwischen der Feedtemperatur T<sub>1</sub> (PV-Ein) und der Retentattemperatur T<sub>2</sub> (PV-Aus) beträgt dann ca. 5,9 °C. Über eine Dosierpumpe 6 wird aus der Vorlage 7 dem Behälter 1 ungefähr soviel Gemisch zugeführt, wie Permeat bei der Pervaporation anfällt (Schnitt A-A). Das Permeat besteht aus 98,9 Gew.-% Wasser und 1,1 Gew.-% 1-Methoxypropanol-2. Der Fluß beträgt ca. 1,5 kg/m<sup>2</sup>h. Diese stationäre Betriebsweise mit konstanter Feedzusammensetzung wurde über einen Zeitraum von ca. 21 Stunden gefahren.

45

Die mit der Erfindung erzielten Vorteile bestehen darin, daß durch die Aufarbeitung des Azeotrops das Lösungsmittel 1-Methoxypropanol-2 zurückgewonnen und damit in den Prozeß zurückgeführt werden kann. Außerdem entfallen zusätzlich die Kosten für die Verbrennung des azeotropen Gemisches.

**Ansprüche**

1. Verfahren zur Trennung eines Gemisches aus 1-Methoxypropanol-2 und Wasser in seine Bestandteile, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennung mittels Pervaporation durchgeführt wird.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennung mittels einer hydrophilen Membrane durchgeführt wird.

5

10

15

20

25

30

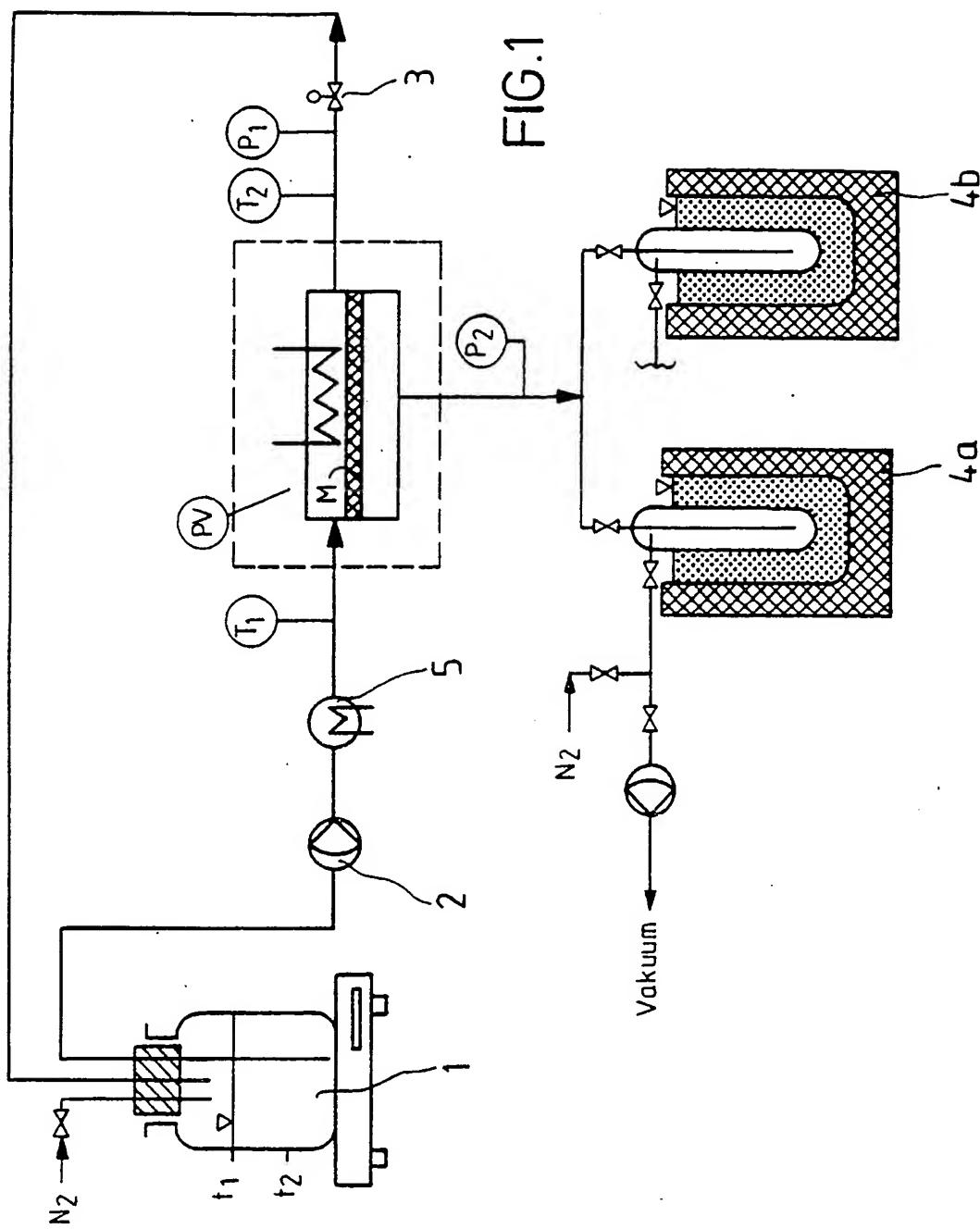
35

40

45

50

55



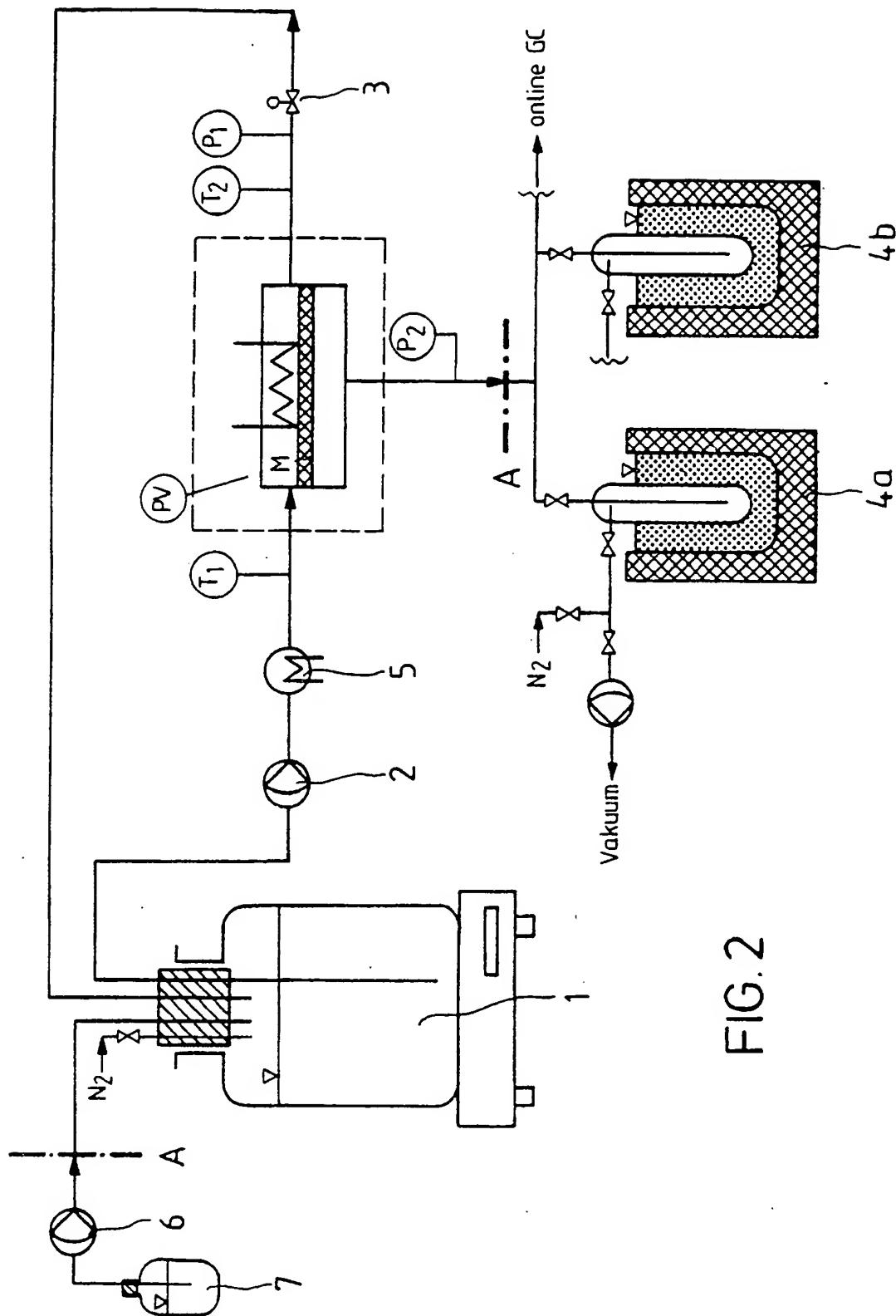


FIG. 2



Europäisches  
Patentamt

EUROPÄISCHER  
RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 90 11 9880

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE

Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
A	DESALINATION, Band 53, 1985, Seiten 327-338, Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam, NL; G.F. TUSEL et al.: "Use of pervaporation systems in the chemical industry" • Seiten 332-336 -----	1-2	C 07 C 43/13 C 07 C 41/34 B 01 D 61/36
A	US-A-4 728 429 (I. CABASSO) • Spalte 5, Zeile 49 - Spalte 7, Zeile 39; Beispiele * -----	1-2	
A	EP-A-0 307 636 (TEXACO) • Ansprüche 7-8 * -----	1-2	
<b>RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)</b>			
C 07 C 41/00 C 07 C 43/00 B 01 D 13/00 B 01 D 61/00			
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	14 Januar 91	ZERVAS B.	
<b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</b>			
X: von besonderer Bedeutung allein betrachtet	E: älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmelde datum veröffentlicht worden ist		
Y: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	D: In der Anmeldung angeführtes Dokument		
A: technologischer Hintergrund	L: aus anderen Gründen angeführtes Dokument		
O: nichtschriftliche Offenbarung	&: Mitglied der gleichen Patentfamilie, Übereinstimmendes Dokument		
P: Zwischenliteratur			
T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze			